

NITRIT UND NITRAT IN BABYNAHRUNG UND VERARBEITETEM FLEISCH



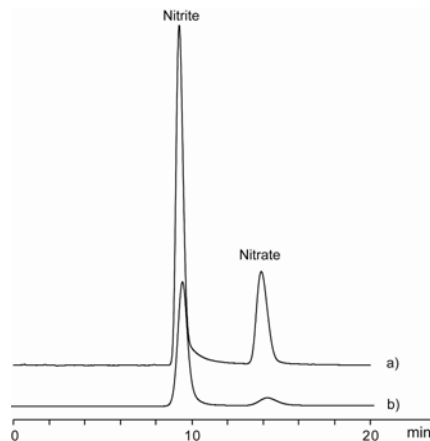
Nitrit und Nitrat werden Lebensmitteln wegen ihrer antimikrobiellen Eigenschaften zum Erhalt von Farbe und Geschmack und zur Verhinderung eines Ranzigwerdens zugegeben. Höhere Gehalte in Gemüse und Blattgemüse können von Nitratdüngern und/oder Düngung mit Tiermist herrühren. Nitritgehalte in Lebensmitteln können auch durch die Reduktion von Nitrat zu Nitrit während der Zubereitung resultieren.

Unter bestimmten physiologischen Bedingungen kann Nitrat im menschlichen Körper auch zu Nitrit reduziert werden. Nitrit wiederum kann Fe(II) in Hämoglobin zu Methämoglobin und einem Fe(III)-Produkt umwandeln. Das Oxidationsprodukt ist nicht in der Lage molekularen Sauerstoff zu binden und hohe Methämoglobin-Konzentrationen können zur Methämoglobinämie, besonders bei Kindern, führen. Nitrit kann auch mit sekundären Aminen, die in Lebensmitteln oder im Verdauungstrakt zugegen sind reagieren und Nitrosamine, eine kanzerogene Verbindungsklasse, bilden.

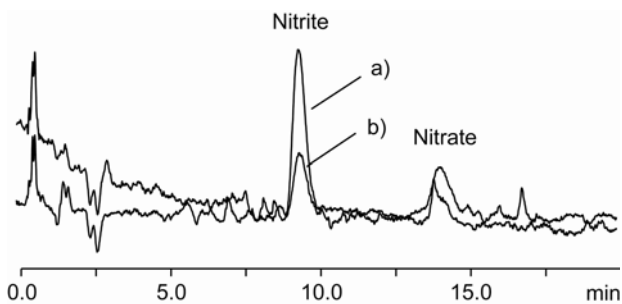
Methodenbeschreibung

Die offizielle AOAC Official Methode 993.03 für die Analyse von Nitrat benutzt zur Reduktion Cadmiumschwamm, der toxisch und kanzerogen ist. Die FDA hat diese Methode dadurch verbessert, dass sie Vanadium(III)chlorid und Hitze zur Nachsäulen-Reduktion von Nitrat zu Nitrit einsetzt. Nitrit reagiert mit diesem modifizierten Griess Reagenz zu einem roten Chromophor mit einer maximalen Absorption bei 535nm. Pickering Laboratories Inc. hat zudem die Methode durch Substitution der korrosiven und flüchtigen Salzsäure mit Methansulfonsäure verbessert.

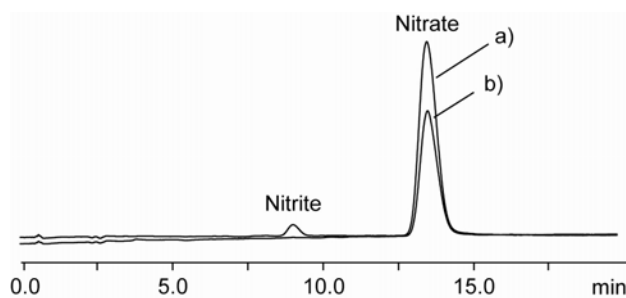
Chromatogramme



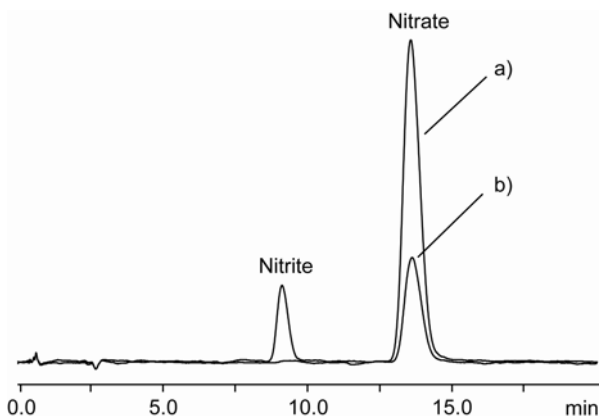
10 ppm Nitrit-Nitrat Standard unter Verwendung von
(a) 20 % Methansulfonsäure, (b) 20 % Salzsäure



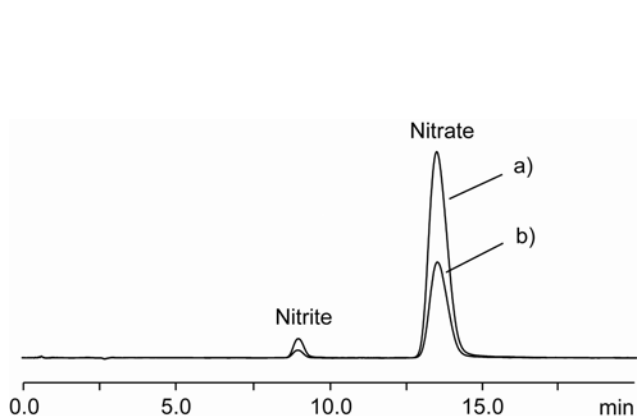
(a) 0,05 ppm,
(b) 0,01 ppm Nitrit-Nitrat Standard



Banane (Babynahrung): (a) gespikt mit
100 ppm Nitrit-Nitrat Lösung, (b) blank



Karotte (Babynahrung): (a) gespikt mit
100 ppm Nitrit-Nitrat Lösung, (b) blank



Corned Beef: (a) gespikt mit 50 ppm Nitrit und
500 ppm Nitrat Lösung, (b) blank

HPLC-Bedingungen und Derivatisierungsparameters

HPLC	
Betriebsart	Isokratisch
Eluent	0.15 M Natriumacetat
Entgasung	Helium- oder Vakuum-entgast
HPLC-Säule	Pickering Anionenaustauscher-Säule, 4.6 x 150 mm
Säulenofen	50 °C
Flussrate	1.0 mL/min
Injektionsvolumen	10 µL
Nachsäulenderivatisierung	
Pinnacle PCX	Einstufig; 500 µL Reaktor
Reaktorvolumen	500 µL
Reaktortemperatur	100 °C
Reagenz	50 mL 1% Vanadium(III)chlorid in 20 % Methansulfonsäure, 50 mL 1% <i>m</i> -Nitroanilin in 20 % Methansulfonsäure und 1.25 mL 1 % N-(1-naphthyl)ethylenediamin dihydrochlorid in 20 % Methansulfonsäure mischen und auf 250 mL mit 20 % Methansulfonsäure verdünnen.
Reagenzfluss	0.1 mL/min
Detektion	
Detektion	UV/VIS-Detektion
UV/VIS	535 nm
Zelle	Analytisch; druckstabil bis 7 bar

Probenvorbereitung

Babynahrung

Zu 5 g Babynahrung in einem 50 mL Zentrifugenröhrchen werden 25 mL 50-60 °C warmes Wasser (für Gemüse) oder 15 mM Natriumacetat (für Früchte) gegeben und 10 min lang geschüttelt. Es werden 12.5 mL Acetonitril zugegeben und das Volumen auf 50 mL mit Wasser (für Gemüse) und Natriumacetat (für Früchte) eingestellt. Die Mischung wird für 15 min bei 5000 min⁻¹ zentrifugiert. Der Überstand wird durch einen 0.45 µm Nylonfilter filtriert und für die Messung entsprechend verdünnt.

Verarbeitetes Fleisch

Zu 5 g homogenisiertem verarbeitetem Fleisch in einem Mixer werden 25 mL 50-60 °C warmes Wasser gegeben und 2 min lang gemixt. Es werden 25 mL Acetonitril zugegeben und erneut 2 min lang gemixt. Diese Mischung anschließend in einen Becher transferieren, mit warmem Wasser auf 100 mL einstellen und mit einem Whatman-Filter filtrieren. Des Weiteren durch einen 0.45 µm Nylonfilter filtrieren und für die Messung entsprechend verdünnen.

Hinweise

- 1) Die Nachsäulen-Reagenzien werden in Plastik- oder Teflonflaschen aufbewahrt.
- 2) Alle Lösungen werden vor Gebrauch durch einen 0,45 µm Filter filtriert.
- 3) Nitrat/Nitrit-Standards sollten vor Gebrauch auf Oxidation überprüft werden.
- 4) Der pH der Probe sollte überprüft werden um ein geeignetes Extraktionsmittel zu ermitteln, da ein saurer pH die Umwandlung von Nitrit zu Nitrat begünstigt.

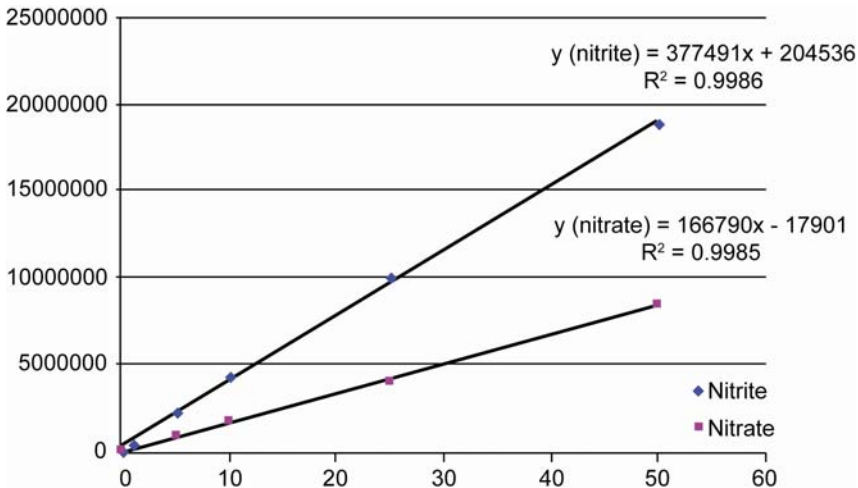
Analytische Daten

Wiederfindungsraten

Probe	Aufstockung (ppm)	Messung (ppm)	Wiederfindung %	Aufstockung (ppm)	Messung (ppm)	Wiederfindung %
	Nitrit			Nitrat		
Babynahrung						
Karotte	100	92,25	92	100	79,3	79
Banane	100	94,6	95	100	102,5	103
Processed Food						
Corned Beef	50	54,4	109	500	478,9	96

APPLIKATIONSNOTE

Kalibrierkurve



Kalibrierkurve für Nitrit-Nitrat (0,05 ppm – 50 ppm)

Literatur

1. AOAC- Official Methods of Analysis of AOAC International (2000) 17th Ed., Section 50.1.11.
2. John A. Casanova, Lois K. Gross, Sarah E. McMullen and Frank Schenck. (2006) J.AOAC Int. Vol. 89, No. 2, 447 – 451.
3. Use of Griess Reagents Containing Vanadium(III) for the Post-Column Derivatization and Simultaneous Determination of Nitrite and Nitrite in Baby Food, John A. Casanova, Lois K. Gross, Sarah E. McMullen and Frank Schenck, Food and Drug Administration, 60 8th Street, Atlanta, GA 30309.

Bestellinformation

Bestellnummer	Beschreibung
1153-1022	PINNACLE PCX; einstufig, 500 µL Reaktor
0785150	Anionenaustauscher-Säule, 4.6 x 150 mm